

## Diseño de un experimento de termometría para la obtención de diagramas de fase de aleaciones blandas

F. L. Román Hernández<sup>1</sup> y M. N. Antón Iglesias<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Física Aplicada, Escuela Politécnica Superior de Zamora,  
Universidad de Salamanca

<sup>2</sup> Departamento de Construcción y Agronomía, Escuela Politécnica Superior de Zamora,  
Universidad de Salamanca

### Introducción

Las técnicas de Análisis Térmico son de gran interés dentro del estudio de la Ciencia de los Materiales. Con el nombre de Análisis Térmico se incluyen un cierto número de procedimientos experimentales que van dirigidos a la obtención de propiedades físico-químicas de los materiales y que hacen uso del estudio de la dependencia que tienen dichas propiedades respecto de la temperatura. Debido su relevancia experimental es de esperar que las titulaciones universitarias dedicadas a la Ciencia e Ingeniería de Materiales necesiten de la introducción de dichas técnicas de Análisis Térmico.

En aleaciones metálicas y, en general, en cualquier sistema pluricomponente los diagramas de fase son de una gran utilidad para el estudio de las propiedades de los materiales. Estos diagramas representan las regiones del espacio termodinámico donde el sistema es homogéneo o heterogéneo, es decir, donde el sistema presenta una única fase o es mezcla de varias fases.

En los sistemas de dos componentes como por ejemplo las aleaciones binarias, estos diagramas suelen obtenerse a presión constante, quedando la posibilidad de variar la temperatura y composición. Los diagramas binarios consisten en puntos curvas y regiones planas, en los que quedan representados los estados termodinámicos de equilibrio correspondientes a una única fase o a la coexistencia de varias fases. La separación entre estas regiones de estados homogéneos y de mezcla se realiza mediante las curvas de composición de fases, y su conocimiento resulta suficiente para la determinación de los propios diagramas de fase.

Las técnicas de Análisis Térmico son muy adecuadas para la determinación de los diagramas de fase. Cuando una aleación metálica en fase líquida y de composición determinada se enfría, el punto que representa el estado termodinámico de la misma puede atravesar regiones del espacio termodinámico en las que el sistema deja de ser homogéneo y coexisten varias fases, pudiéndose dar este fenómeno incluso cuando la aleación se ha solidificado por completo. Cuando esto ocurre, se pone de manifiesto una entalpía que puede modificar el tiempo necesario para el enfriamiento de la aleación. La técnica más sencilla de Análisis Térmico consiste en registrar el valor de la temperatura de la aleación frente al tiempo ya que, debido a la aparición de esta entalpía de la transición, el enfriamiento se ralentiza. Analizando el comportamiento de la curva de enfriamiento se puede determinar a qué temperatura se modificó la velocidad de enfriamiento obteniéndose un indicio claro de dónde comenzó la transformación de fase y por lo tanto un punto sobre alguna curva de composición de fase del diagrama de fases de la aleación.

Este hecho sugiere la posibilidad de diseñar de forma sencilla y a nivel académico una serie de experimentos que permitan mostrar a los alumnos cómo es posible obtener diagramas de fase, ya que éstos son de notable importancia en la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. En este sentido, el presente proyecto concierne principalmente a las asignaturas “Transformaciones de Fase” y “Obtención y Selección de Materiales”, ambas correspondientes al Grado en Ingeniería de Materiales y al doble Grado en Ingeniería Mecánica en Ingeniería de Materiales, que se imparte en la Escuela Politécnica Superior de Zamora.

Cabe remarcar que no se desea diseñar una práctica cuyos resultados requieran de instrumentación científica compleja, cara y que no está disponible en los laboratorios de las asignaturas involucradas. Por el contrario se desea realizar un diseño sencillo, accesible desde el punto de vista económico, haciendo uso de parte del material de laboratorio del que se dispone y con una pequeña aportación solicitada. El diseño debe además manifestar claramente las propiedades termodinámicas de las muestras a estudiar y debe ser capaz de hacer énfasis en el carácter académico-científico de las asignaturas sin renunciar a cierto nivel de precisión en la medida.

## Desarrollo de los objetivos

El objetivo principal del proyecto de innovación docente era el diseño, elaboración desde cero, realización e incorporación en los laboratorios de las asignaturas implicadas, de un experimento de análisis térmico que permitiera la medida de algunas curvas de coexistencia de fases en algunas aleaciones binarias sencillas. El experimento tendría como principal objetivo la introducción del alumno en las técnicas propias del análisis térmico y la medida de curvas de enfriamiento que pudieran usarse para la obtención de parte de los diagramas de fase de dichas aleaciones.

Para llevar a cabo dicho objetivo se solicita una pequeña partida económica para la adquisición de cierto material necesario para la realización práctica. No obstante,

también se usa diverso material del que ya disponen los laboratorios de las asignaturas Transformaciones de Fase y Obtención y Selección de Materiales.

El material necesario para la elaboración de experimento se describe a continuación:

- Un interface de adquisición de datos mediante puerto RS232. Este sistema dispone de una entrada de ocho canales de medición de la temperatura mediante termopares de distintos tipos. Este dispositivo se encuentra disponible en los laboratorios involucrados.



Figura 1. Dispositivo de adquisición de datos de temperatura.

- Un ordenador portátil con sistema operativo Windows XP. Se opta por un ordenador fuera de uso por ser obsoleto, ya disponible, pero que permite utilizar el software del sistema de adquisición de datos, ya que no demanda un sistema complejo ni moderno.
- Una balanza de precisión con resolución de  $10^{-3}$  g, necesaria para fabricar muestras de composición bien definida. La Figura 2 muestra la balanza utilizada disponible en el laboratorio.

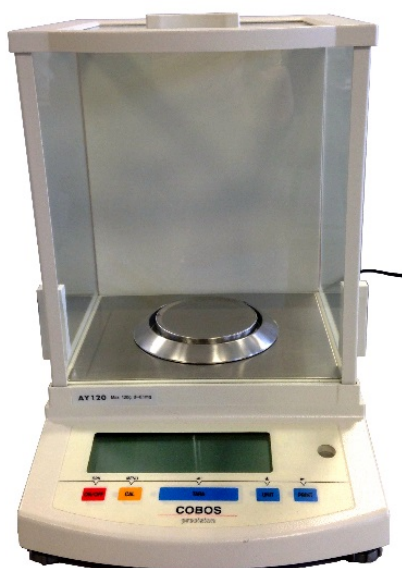


Figura 2. Balanza disponible para la medida de masas de las muestras.

- Material de soporte para prácticas, barras de acero, pinzas y nueces.
- Un mechero bunsen portátil de butano.

- Software Mathematica®, con licencia proporcionada por la universidad, necesario para el tratamiento numérico de las curvas de enfriamiento obtenidas en el experimento.
- Diversos termopares tipo K con vaina de acero de 0.5mm de diámetro. Este tipo de termopar resulta suficientemente versátil y a la vez permite modificar su forma para que la medida se realice en el centro de la muestra. Se muestra en la Figura 3 el detalle de la forma del termopar tipo K necesario para la correcta adquisición de los datos de temperatura en las curvas de enfriamiento.

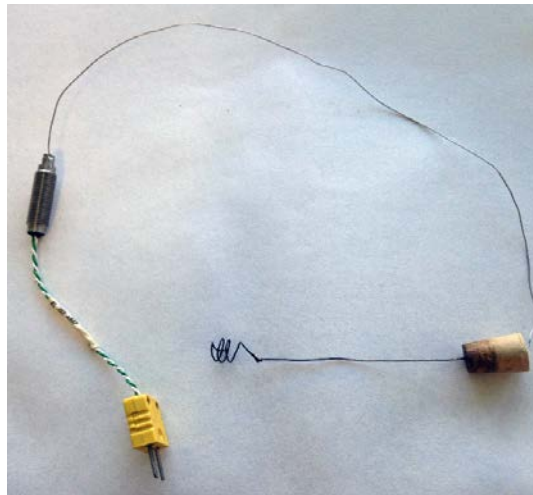


Figura 3. Detalle de la forma del termopar para la correcta adquisición de datos.

- Metales puros de bajo punto de fusión en forma de granalla. Los metales seleccionados fueron el plomo, bismuto y estaño por su bajo punto de fusión y por la sencillez de sus diagramas de fase binarios. Es conocido que los diagramas binarios de las aleaciones formadas por dichos metales presentan reacciones de fase eutécticas y una reacción peritética en el diagrama Pb-Bi. Estos metales permiten trabajar a temperaturas inferiores a 400°C, temperatura compatible con el material de contención de vidrio y con el intervalo de temperaturas admitido por el termopar. En la Figura 4 se muestran los metales puros usados, en forma de granalla, para la realización del experimento.

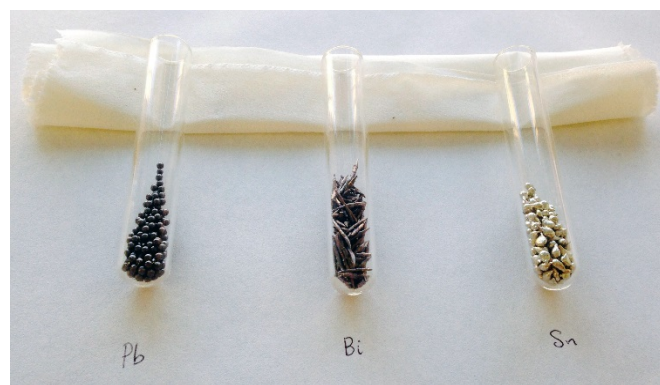


Figura 4. Plomo, estaño y bismuto puros en forma de granalla.

Si bien no es necesario que los metales tengan una pureza extrema, si se requiere que el grado de pureza sea tal que la curva de enfriamiento del metal fundido sin alear presente un rellano a temperatura constante bien definido.

- Tubos de vidrio de centrífuga de medida 16 mm x 110 mm. Este tubo es suficientemente resistente como para permitir las temperaturas máximas alcanzadas en el experimento y de tamaño adecuado como para poder introducir el termopar para realizar una medida fiable. Mediante el uso de este tipo de tubo el alumno puede observar directamente la muestra a estudiar y su paso por los estados sólido y líquido.

Aunque la observación de la muestra fundida no es necesaria para llevar a cabo el experimento, el hecho de poder realizar dicha observación directamente acerca al alumno al procedimiento experimental y contribuye a aclararlo.

El número de muestras realizadas con el material adquirido en el proyecto asciende a sesenta. Cada una de ellas consiste en una aleación de fracción en masa conocido, fundida en el interior de un tubo de vidrio de centrífuga con la adición de un catalizador-fundente que evita su oxidación. En la Figura 5 pueden verse algunas de las muestras realizadas durante el experimento y el detalle de alguna de ellas.

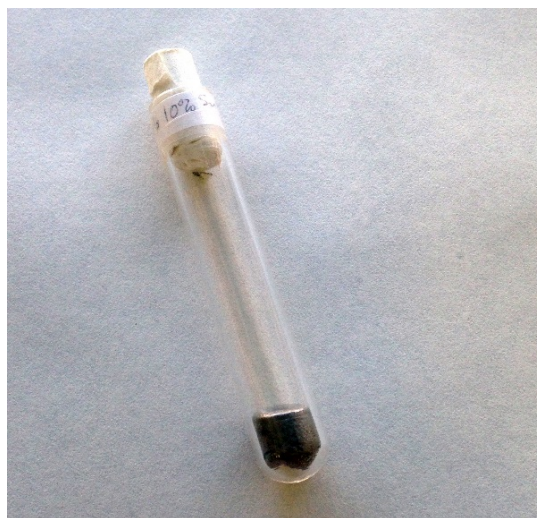
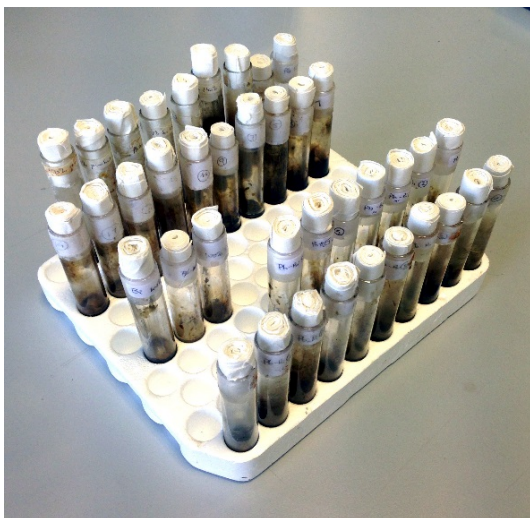


Figura 5. Fotografía de las muestras de las aleaciones Pb-Sn y Pb-Bi y detalle de la muestra Pb + 10% masa Sn.

Las muestras fueron elaboradas de manera conjunta tanto por los alumnos como por los profesores involucrados.

- Un crisol refractario con material aislante térmico. El crisol actúa de soporte para el material aislante y permite obtener curvas de enfriamiento suficientemente lentas como para que no se produzca choque térmico en el material de vidrio y, más importante aún, permite garantizar que la muestra estará cerca del equilibrio termodinámico en cada instante del proceso de enfriamiento. Cuanto más lento sea el proceso de enfriamiento más fiables son los resultados obtenidos puesto que el sistema se encontrará más cercano a un estado de equilibrio. No obstante, el tiempo disponible por el alumno para la realización práctica es una limitación para las velocidades de enfriamiento.

En la Figura 6 se muestra el detalle del crisol refractario conteniendo material aislante térmico capaz de albergar las muestras para el estudio de las curvas de enfriamiento.





Figura 6. Crisol refractario con material aislante preparado para contener una muestra.

Una vez dispuesto el material necesario, se procede al montaje del experimento completo de manera que resulte funcional y seguro, teniendo en cuenta las limitaciones del mismo y los resultados que se desean obtener. En este sentido se observa que es más seguro realizar el estudio de cada una de las muestras preparadas por separado, ya que permite tener mejor control sobre el calentamiento a temperaturas cercanas a los 400°C, minimizando los peligros inherentes al manejo de aleaciones fundidas. También permite tener mejor control sobre el registro de datos del enfriamiento. El aspecto de la práctica diseñada, una vez montada y lista para su uso se puede ver en la Figura 7.



Figura 7. Fotografía mostrando el aspecto final de la práctica ya desarrollada y operativa.

La realización de una medida consiste en la preparación de una muestra de composición conocida, su fusión para la introducción del termopar, su colocación en el crisol con material aislante para garantizar un enfriamiento lento, y la adquisición de los datos de temperatura frente a tiempo haciendo uso del equipo informático.

En este tipo de experimentos la previsión del tiempo necesario para su correcta elaboración es crucial a la hora de programar el trabajo del alumno. En este caso, el tiempo necesario para la realización de medidas en una única muestra es de unos 20 minutos. Como cada aleación consiste en el estudio de alrededor de 20 muestras, el tiempo resultante, sólo teniendo en cuenta la realización práctica, resulta excesivo. Para evitarlo, hemos comprobado que la entrega de las muestras ya preparadas reduce el tiempo de adquisición de datos a 12 ó 14 minutos por cada una de las muestras. Lo que permitiría realizar el estudio de una única aleación en dos sesiones prácticas de dos horas.

Por lo tanto se dispone de la posibilidad de estudiar tres diagramas binarios Pb-Sn, Pb-Bi y Bi-Sn y cada uno de ellos necesita de alrededor de cuatro horas para ser llevado a cabo. Esta estimación del tiempo es importante si se desea incorporar el experimento al laboratorio de alumnos en los cursos futuros ya que será necesario programar el estudio de una única aleación durante dos sesiones prácticas de 2 horas.

Posteriormente a la realización práctica, y no de menos importancia, se propone al alumno que analice los datos obtenidos de las curvas de enfriamiento para detectar las temperaturas a las que suceden los cambios de conducta y, por lo tanto, detectar los comienzos de las transiciones de fase de primer orden.

Para llevar a cabo este cometido se propone la realización de un pequeño programa haciendo uso del software Mathematica®. El programa debe leer el fichero de datos registrado durante el experimento y mediante un ajuste adecuado para cada intervalo de tiempo, debe calcular de manera numérica la derivada de dicha curva de enfriamiento para detectar la temperatura a la que comienza el cambio de conducta en una curva de enfriamiento. También debe representar las curvas temperatura-tiempo y temperatura-velocidad de enfriamiento.

En la Figura 8 puede verse parte del código desarrollado con el programa Mathematica® y algunos de sus resultados en forma de gráficos. El análisis numérico permite determinar la región de temperaturas donde sucede la transición de fase ayudando a localizar las temperaturas de cambio de comportamiento en las curvas de enfriamiento.

Aunque en esta ocasión el trabajo de elaboración del programa de análisis de datos se ha hecho de forma compartida entre alumnos y profesores, en los cursos sucesivos la elaboración del programa puede dejarse como trabajo autónomo del alumno o bien puede optarse por ofrecer un programa funcional ya elaborado para su uso y evitar una excesiva dedicación a esta actividad.

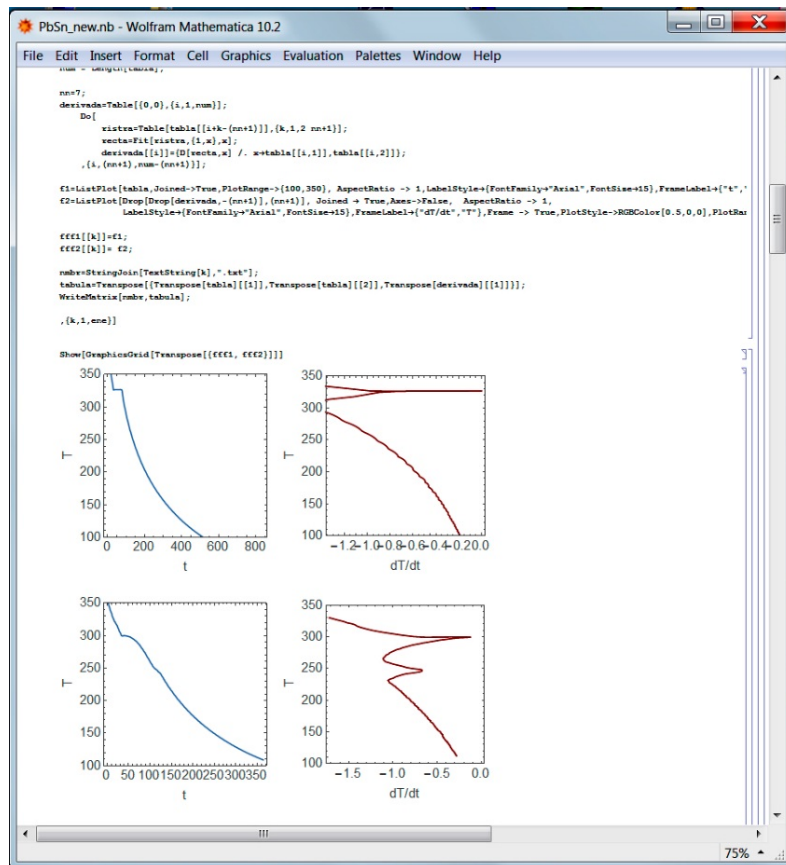


Figura 8. Fragmento de código en el programa Mathematica®, para el análisis numérico de las curvas de enfriamiento.

Una vez analizadas las curvas de enfriamiento y localizados los puntos de cambio de conducta, se obtienen los puntos sobre las curvas de composición de fases de la aleación estudiada, pudiendo representar de esta forma el diagrama de fases buscado. Se presenta en las Figuras 9 y 10 el resultado obtenido para la aleación Pb-Sn, y Bi-Pb junto con el diagrama de fases aceptado por la asociación americana para los metales ASM International.

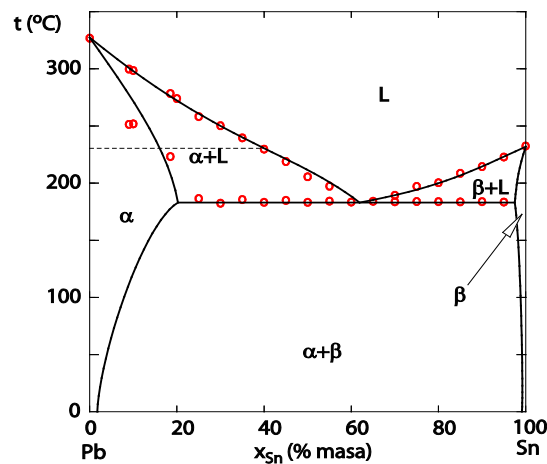


Figura 9. Resultados obtenidos en el experimento para la aleación Pb-Sn (puntos rojos), junto con el diagrama de fases admitido por la ASM (líneas).



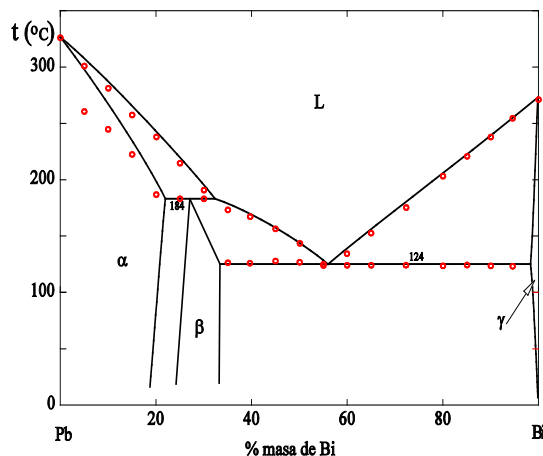


Figura 10. Resultados obtenidos en el experimento para la aleación Bi-Pb (puntos rojos), junto con el diagrama de fases admitido por la ASM (líneas).

Se observa que el acuerdo entre los datos obtenidos y el diagrama aceptado es muy bueno excepto en la línea solidus (límite de solubilidad del plomo sólido). Una mejora sobre la línea solidus requiere de enfriamientos mucho más largos, lo cual hace inviable la realización del experimento en una sesión de laboratorio de alumnos. No obstante, el acuerdo en la línea liquidus es bastante bueno, teniendo en cuenta la sencillez de los recursos utilizados. Se encuentra también que la práctica desvela la existencia de reacciones de fase de manera muy eficiente.

Para completar el trabajo, los alumnos elaboraron un informe del trabajo experimental realizado que ha servido como parte de la calificación dentro de la asignatura Transformaciones de Fase. En la Figura 11 se presentan algunos de los informes de prácticas presentados por los alumnos de la asignatura Transformaciones de Fase.

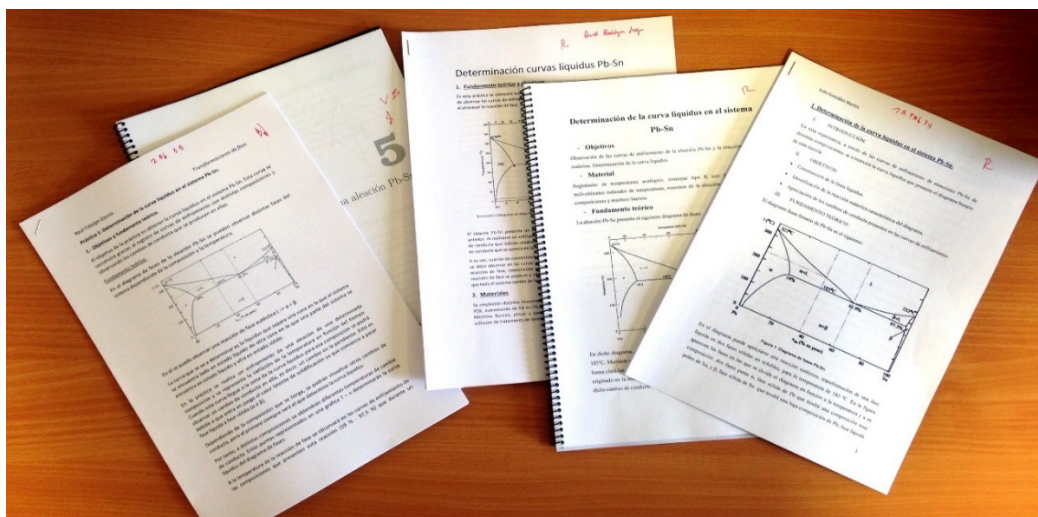


Figura 11. Los informes presentados por los alumnos sirven de evidencia de la realización y aprovechamiento del trabajo práctico propuesto en el presente proyecto por parte de los alumnos.

Como consecuencia del trabajo realizado se ha observado que los resultados obtenidos permiten la propuesta de una práctica alternativa con un montaje similar al realizado.

En efecto, se ha observado que los resultados obtenidos en regiones de baja concentración son susceptibles de ser modelados mediante curvas obtenidas de forma teórica permitiendo medir la entalpía de fusión de los metales utilizados. Este trabajo queda abierto para su elaboración en cursos venideros.

## Conclusiones

En este proyecto se ha diseñado una práctica sencilla de análisis térmico que permite obtener las curvas liquidus y solidus de aleaciones sencillas blandas. La práctica de laboratorio resulta suficientemente sencilla como para ser utilizada en los laboratorios de las asignaturas: Transformaciones de Fase y Obtención y Selección de Materiales, ambas correspondientes al grado en ingeniería de Materiales y al doble grado en Ingeniería Mecánica y de Materiales. El material elaborado permite la obtención de parte del diagrama de fases de las aleaciones Pb-Sn, Pb-Bi y Sn-Bi mediante el estudio de las curvas de enfriamiento de diferentes muestras obtenidas en el laboratorio.

La implicación de los alumnos del grado en ingeniería de Materiales en la elaboración y desarrollo de la práctica ha resultado ser muy satisfactoria, participando en algunas de las fases de diseño y elaboración más sencillas y en la realización completa de los estudios prácticos, una vez que la práctica era operativa. En su fase final los alumnos han realizado un informe sencillo del trabajo realizado, aportándose dicho informe para la evaluación de parte de su trabajo en el laboratorio.

En los cursos venideros se incorporará la práctica diseñada a los experimentos del laboratorio para su realización directa por parte de los futuros alumnos. También se incorporarán los ficheros de los programas realizados con el software Mathematica® necesarios para el tratamiento de datos, así como un guion de la práctica. Todo el material elaborado pasará a estar disponible para los alumnos en la plataforma Studium.

Debido al éxito en la implicación e interés mostrado por los alumnos cabe plantearse para futuros cursos la posibilidad de estudiar las superficies liquidus de diagramas ternarios con este tipo de metales de bajo punto de fusión: No obstante, este tipo de diagramas resultan más complejos y difíciles de encajar en un horario de prácticas con tiempo limitado, ya que su obtención requiere de la elaboración de múltiples muestras.

La calidad de los resultados experimentales obtenidos, sugieren la posibilidad de usar los datos de la curva liquidus en la región de bajas concentraciones, para la obtención de las entalpías de fusión de los metales puros a partir de modelos de solución ideal estudiados en las clases teóricas. Aunque esta posibilidad no se ha explorado este año, los resultados sugieren que podrá incorporarse dicho estudio en futuros cursos académicos, reforzando aún más el aprendizaje del marco teórico de las asignaturas involucradas.

F. L. Román y M. N. Antón desean agradecer la financiación aportada por la Universidad de Salamanca para la realización del presente proyecto de innovación docente.